SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-6989.55-2005

Air dan air limbah – Bagian 55 : Cara uji kadar magnesium (Mg) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

ICS 13.060.01

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Acuan normatif 1
3 Istilah dan definisi 1
4 Cara uji 2
5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu 3
6 Rekomendasi 4
Lampiran A Pelaporan 5
Bibliografi 6

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

Prakata

SNI ini merupakan hasil kaji ulang dan revisi dari SNI 06-2910-1992, *Metode pengujian kadar magnesium dalam air dengan alat spektrofotometer serapan atom*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Japan International Standard* (JIS). SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, Panitia Teknis *Sistem Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 3 – 4 November 2004 di Depok.

Dengan ditetapkannya SNI 06-6989.55-2005 ini, maka penerapan SNI 06-2910-1992 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Air dan air limbah – Bagian 55 : Cara uji kadar magnesium (Mg) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk menentukan kadar magnesium dalam air dan air limbah secara spektrofotometri serapan atom (SSA)-nyala pada kisaran kadar 20 µg/L sampai dengan 400 µg/L pada panjang gelombang 285,2 nm.

2 Acuan normatif

JIS K.0102.51.2002, *Environmental Technology.*

3 Istilah dan definisi

3.1
magnesium terlarut
magnesium dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 µm

3.2
magnesium total
banyaknya magnesium yang terlarut dan tersuspensi dalam air

3.3
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan baku dengan hasil pembacaan serapan yang merupakan garis lurus

3.4
larutan induk magnesium
larutan yang mempunyai kadar magnesium 1000 mg/L, yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

3.5
larutan baku magnesium
larutan induk magnesium yang diencerkan dengan larutan pengencer sampai kadar tertentu

3.6
larutan kerja magnesium
Larutan baku magnesium yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

3.7
larutan blanko
air suling yang diasamkan atau perlakuannya sama dengan contoh uji

3.8
larutan pengencer
larutan yang digunakan untuk membuat larutan baku dan larutan kerja dengan cara menambahkan asam nitrat pekat 1,5 mL ke dalam setiap 1 L air suling

© BSN 2005

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Contoh uji air dan air limbah ditambahkan asam klorida kemudian dilanjutkan dengan pemanasan yang bertujuan untuk melarutkan analit magnesium dan menghilangkan zat-zat pengganggu. Penambahan lantan klorida bertujuan untuk menekan efek ionisasi magnesium, selanjutnya diukur serapannya dengan SSA menggunakan gas asetilen-udara.

4.2 Bahan

a) air bebas logam;
b) asam klorida (HCl) (1+1);
c) lantan klorida ($LaCl_3$) (50 g/L);
d) larutan standar induk magnesium 1000 mg/L;
e) gas asetilin (C_2H_2);
f) udara; dan
g) asam nitrat (HNO_3) pekat.

4.3 Peralatan

a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA);
b) alat pemanas;
c) corong gelas;
d) labu ukur 100 mL dan 1000 mL;
e) gelas ukur 100 mL;
f) gelas piala 100 mL;
g) pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL dan 4,0 mL;
h) pipet ukur 5 mL dan 10 mL;
i) tabung reaksi 50 mL;
j) kaca arloji berdiameter 5 cm;
k) labu semprot;
l) alat penyaring dengan ukuran pori 0,45 µm, dilengkapi dengan *filter holder* dan pompa; dan
m) kertas saring.

4.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji magnesium total

Bila contoh uji tidak dapat segera dianalisis, maka contoh uji diawetkan dengan menambahkan HNO_3 pekat sampai pH kurang dari 2 dengan waktu penyimpanan maksimal 6 bulan.

CATATAN Bila Mg terlarut yang akan dianalisis, maka penambahan asam nitrat dilakukan setelah penyaringan.

4.5 Persiapan pengujian

4.5.1 Persiapan contoh uji

a) masukkan 100 mL contoh uji yang sudah dikocok sampai homogen ke dalam gelas piala;
b) tambahkan 2 mL asam klorida (1+1);
c) panaskan larutan contoh uji sampai hampir kering;
d) tambahkan 1 mL larutan lantan klorida;
e) pindahkan secara kuantitatif larutan hasil pengerjaan butir d) ke dalam labu ukur 100 mL melalui kertas saring dan tepatkan hingga tanda tera dengan air suling kemudian dihomogenkan.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

4.5.2 Pembuatan larutan baku magnesium 100 mg/L

a) pipet 10 mL larutan induk magnesium 1000 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan larutan pengencer hingga tanda tera dan dihomogenkan.

4.5.3 Pembuatan larutan baku magnesium 10 mg/L

a) pipet 50 mL larutan standar magnesium 100 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur 500 mL;
b) tambahkan larutan pengencer hingga tanda tera dan dihomogenkan.

4.5.4 Pembuatan larutan kerja magnesium

a) pipet 0,0 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL dan 4,0 mL. larutan baku magnesium 10 mg/L, masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera kemudian dihomogenkan sehingga diperoleh kadar magnesium 0 µg/L; 100 µg/L; 200 µg/L; 300 µg/L dan 400 µg/L.

4.6 Prosedur kerja dan pembuatan kurva kalibrasi

a) optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat;
b) ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 285,2 nm;
c) buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi;
d) lanjutkan dengan pengukuran contoh uji yang sudah dipersiapkan.

4.7 Perhitungan

Kadar magnesium (mg/L) = C X fp

dengan pengertian:
C adalah kadar yang didapat hasil pengukuran (mg/L);
fp adalah faktor pengenceran.

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

5.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia *pro analysis* (p.a).
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
e) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.

5.2 Pengendalian mutu

a) Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,97 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
b) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.
c) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis.
d) Jika perbedaan persen relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 5% maka dilakukan pengukuran ketiga.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

6 Rekomendasi

Kontrol akurasi

a) Analisis CRM
 Lakukan analisis *Certified Reference Material* (CRM) untuk kontrol akurasi.
b) Analisis *blind sample.*
c) kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
d) Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis spike matrik. Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.
e) Buat *control chart* untuk akurasi analisis.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

Lampiran A

(normatif)

Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama analis.
3) Tanggal analisis.
4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
5) Rekaman kurva kalibrasi.
6) Nomor contoh uji.
7) Tanggal penerimaan contoh uji.
8) Batas deteksi.
9) Rekaman hasil perhitungan.
10) Hasil pengukuran persen spike matrik dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
11) Kadar analit contoh uji.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Bibliografi

L. S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater,* 20 th Edition (1998), 3111A and 3111B, APHA, AWWA and WEF, Washington DC.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id

© BSN 2005